

Introdução

Peixes são alimentos altamente nutritivos, ricos em vitaminas e minerais. Dentre os metais presentes em seus tecidos destaca-se o Cd, que pode ser potencialmente perigoso à saúde, caso a quantidade consumida ultrapassar os valores limites regulamentados pela legislação¹.

O monitoramento deste elemento e o uso de métodos analíticos rápidos e confiáveis são extremamente necessários para um controle eficaz e um aumento do volume de amostras analisadas por tempo.

Objetivos

O desenvolvimento de um método analítico simples, rápido e exato, que possa ser aplicado rotineiramente na determinação de Cd em amostras de pescado *in natura*, utilizando espectrometria de absorção atômica em forno de grafite com amostragem sólida.

Experimental

Equipamentos



- ✓ ZEEnit 650 P (Analytik Jena, Alemanha);
- ✓ Correção de fundo baseado no efeito Zeeman e campo magnético transversal;
- ✓ Forno de grafite aquecido transversalmente;
- ✓ Lâmpada de cátodo oco de Cd;

λ : 228,8 nm; Fenda: 0,8 nm; i: 2,5 mA; Força do campo: 0,8 T

- ➔ Ultra-microbalança: M2P (Sartorius);
- ➔ Micro-ondas Top Wave (Analytik Jena AG, Alemanha);
- ➔ Moinho vibratório: Pulverisette 0 (FRITSCH)
- ➔ Liofilizador ModulyoD Freeze Dryer (Thermo Electron Corporation, EUA).

Reagentes

- ✓ Calibração: Solução-padrão aquoso;
- ✓ 0,05% Pd + 0,03% Mg + 0,03% Triton X-100 (10 μ L).

Preparo de Amostras

- ✓ As amostras foram inicialmente lavadas com água ultra-pura.
- ✓ Cortadas e homogeneizadas.

Programa de Aquecimento

Etapa	Temperatura (°C)	Rampa (°C s ⁻¹)	Patamar (s)
Secagem 1	110	15	20
Secagem 2	150	20	45
Pirólise	800	300	35
Atomização	1700	FP*	6
Limpeza	2400	1000	6

Taxa de fluxo do gás de purga (Ar) : 2 L min⁻¹, fluxo interrompido durante atomização.

* FP = full power

Resultados

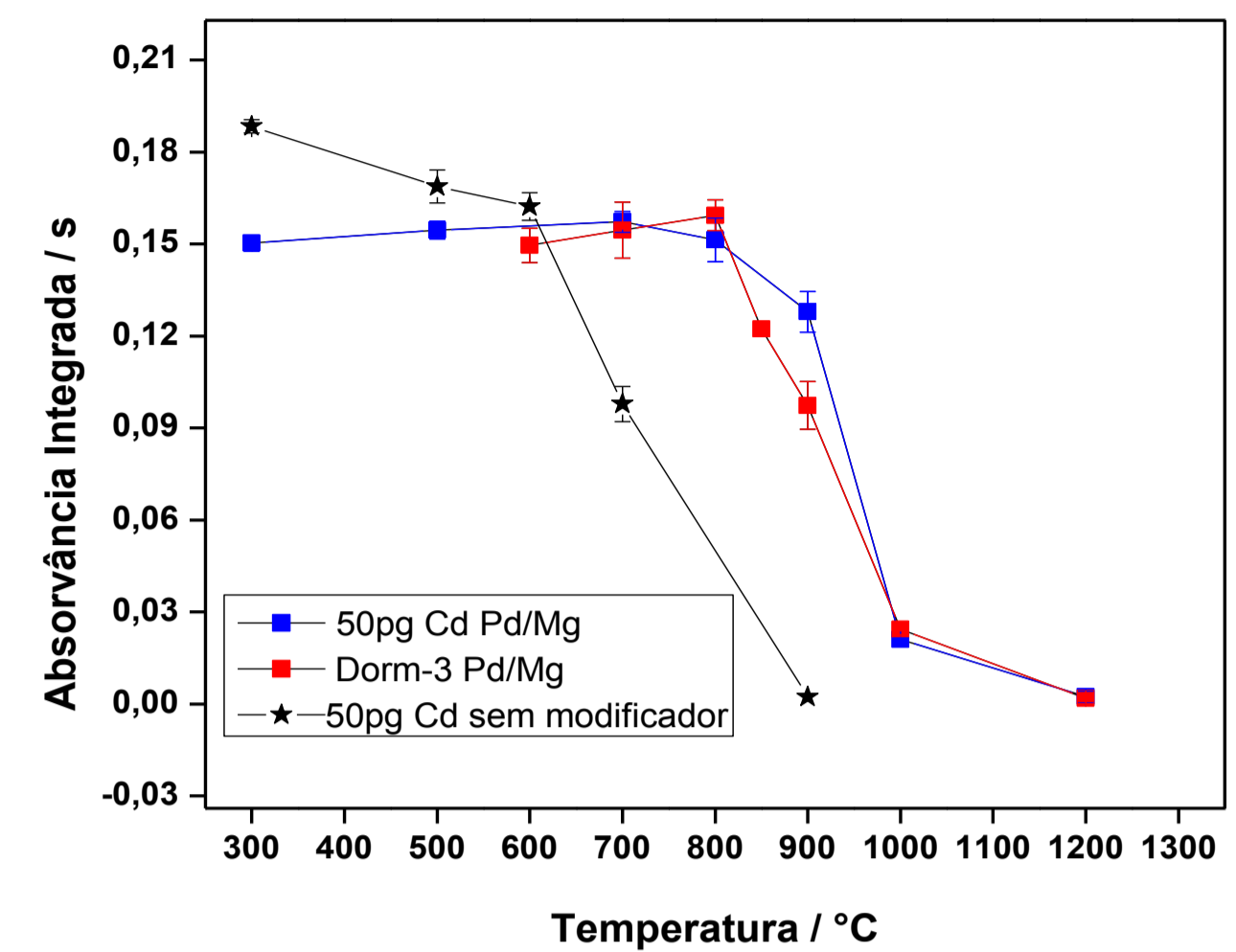


Figura 1. Curvas de pirólise utilizando DS-GF AAS. A absorvância foi normalizada para 0,2 mg de CRM Dorm-3. Ta 1900°C

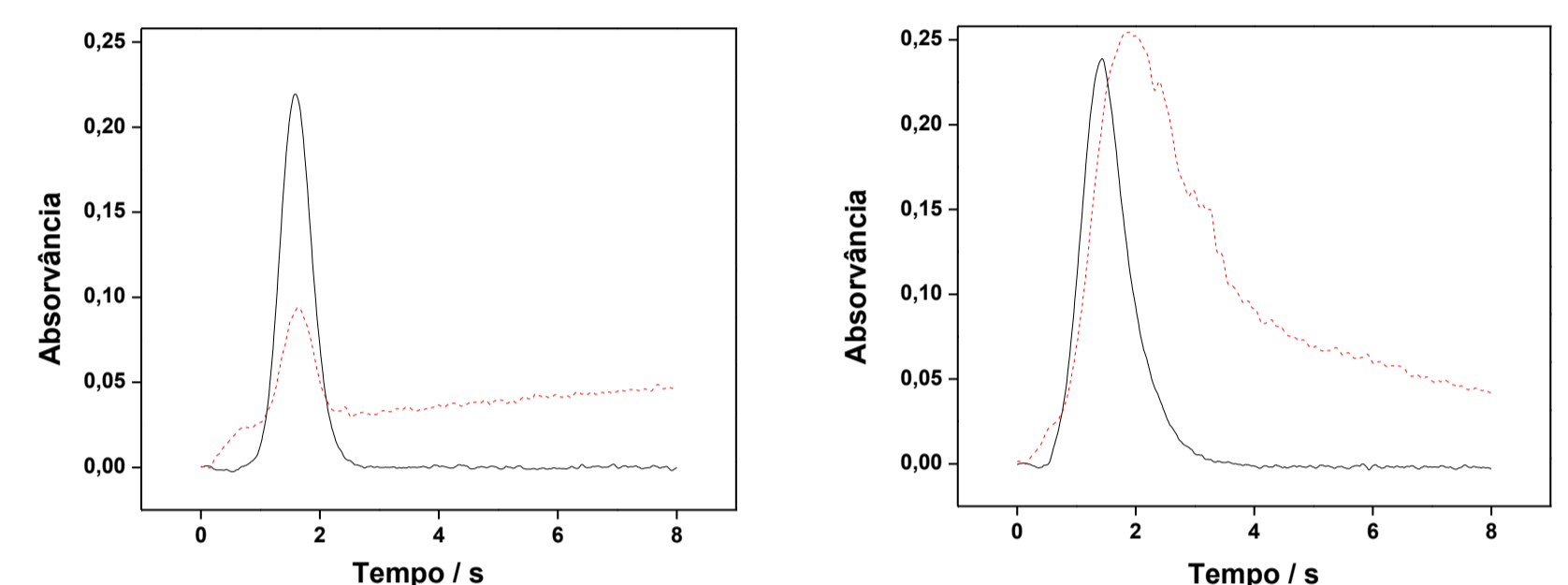


Figura 2. Perfil de absorvância. a) Padrão 50 pg de Cd b) Dorm-3. AA — BG - - -

Parâmetros de Mérito

Equação de Regressão Linear	R	m ₀ (pg)	LD* (n = 10) μ g kg ⁻¹	LQ* (n = 10) μ g kg ⁻¹
A = 0,00248 + 0,00273m (pg)	0,9991	1,0	0,2	0,6

*Baseado na técnica de "massa de resposta zero" e calculado para 8 mg de amostra

Resultados analíticos obtidos para Cd em amostras de pescado

Material Certificado	Concentração de Cd/mg kg ⁻¹ (média \pm desvio)		
	Valor Certificado	DS	Digestão
DORM-3	0,290 \pm 0,020	0,288 \pm 0,013	0,293 \pm 0,003
9 th PT	0,314 \pm 0,090	0,309 \pm 0,013	-
SRM 2976	0,820 \pm 0,160	0,812 \pm 0,022	-

Amostra	Concentração de Cd/mg kg ⁻¹ SN ^a (média \pm desvio)		
	In Natura	Seca	Digestão
M1	0,0130 \pm 0,0012	0,0125 \pm 0,0013	0,0122 \pm 0,0015
M2	0,0116 \pm 0,0012	0,0115 \pm 0,0010	0,0110 \pm 0,0002
M3	0,0121 \pm 0,0013	0,0124 \pm 0,0011	0,0110 \pm 0,0005
M4	0,0093 \pm 0,0010	0,0088 \pm 0,0006	-
M5	< LQ	< LQ	-
M6	< LQ	< LQ	-

^aTodos os valores com base em peso úmido (mg por kg de substância *in natura*).

Conclusões

- O método desenvolvido nesse trabalho para determinação de Cd em pescado mostrou-se rápido e preciso.
- Foi possível realizar a calibração com padrões aquosos;
- A amostragem direta reduziu o manuseio da amostra, e a elevada sensibilidade da técnica tornaram o método desenvolvido adequado para análises de rotina.

Referências

1. ANVISA- <http://e-legis.anvisa.gov.br/leisref/public/showAct.php?id=90&word>, acessado no dia 17 de agosto de 2013.

Agradecimentos